

# AIP 코팅법에서 로의 온도가 고속도강의 TiN 코팅에 미치는 영향에 관한 실험적 연구

김해지\*, 이상욱\*, 전만수#

## Experimental Study on Effect of Furnace Temperature on TiN-Coating of High Speed Steel by Arc Ion Plating

Hae Ji Kim\*, Sang Wook Lee\*\* and Man Soo Joun#

### ABSTRACT

In this paper, effect of temperature in TiN-coating by arc ion plating on surface characteristics of a TiN coated high speed steel is investigated by experiments. Hardness, surface roughness, TiN-coating thickness and adsorption force are measured in order to evaluate the effects. For evaluation of the experimental data, one-way ANOVA method is used. It is concluded that the furnace temperature in the range 400°C~500°C in AIP processing has a little influence on the TiN coating of the SKH51 steels.

**Key Words** : Arc Ion Plating(아크이온플레이팅), Furnace Temperature(로온도), High Speed Steel(고속도강), TiN-Coating Effect(TiN코팅영향)

### 1. 서론

최근 20년간 금속재료의 내마모성 향상을 위하여 화학증착법(chemical vapor deposition, CVD)<sup>1,2</sup>에 의한 코팅기술이 발전해 왔다. CVD 코팅법은 피막의 균일성, 밀착력, 공구수명 등의 장점으로 절삭공구, 금형 등에 널리 사용되었다.<sup>3</sup> 그러나 CVD 코팅법은 고온에서 작업이 이루어지기 때문에 모재의 기계적 성질의 변화가 초래될 수 있다. 이러한 문제를 개선시키기 위하여 500°C 이하의 온도에서 코팅이 가능한 물리증착법(physical vapor deposition,

PVD)<sup>4,5</sup>을 이용한 코팅기술들이 개발되었다. 대표적인 PVD법에는 이온빔증착(ion beam deposition, IBD)코팅법, 스퍼터링(sputtering)코팅법, 아크이온플레이팅(arc ion plating, AIP)<sup>6-8</sup> 코팅법 등이 있다. 다른 물리증착법에 비해 AIP법은 80% 이상의 높은 이온화율과 이온에너지로 인하여 우수한 밀착력, 박막의 균일성, 박막 두께 조절의 우수성, 코팅 층조성의 치밀성 등의 장점 때문에 가장 널리 사용되고 있다. 그러나 AIP 코팅법에서 공정변수인 온도, 진공도, N<sub>2</sub> 유입량, 바이어스 전압 등이 사용되는 재료의 TiN 코팅에 미치는 영향에 관한 연구는 거의 이루어지지 않았다. 그 이유는 코팅기술이 산업

접수일: 2005년 6월 29일; 게재승인일: 2006년 1월 13일

\* 경상대학교 대학원 기계공학과

# 교신저자: 경상대학교 기계항공공학부

E-mail msjoun@gsnu.ac.kr Tel. (055) 751-5316

계에서 공정적용 기술 위주로 발전해왔기 때문이다.

본 논문에서는 전체 공구 재료 중 사용 빈도가 높은 고탄소 합금강인 SKH51종(고속도강)에 대하여 TiN 코팅을 적용하였다. AIP 코팅법에서 로의 온도가 재료에 미치는 영향을 연구하기 위하여 고속도강의 열처리 특성인 청열취성과 2차 경화 온도 범위를 제외한 400℃, 450℃, 500℃의 온도 조건에 대하여 TiN 코팅을 적용하였다. 각 온도에서 코팅된 재료는 표면경도, 표면 거칠기, TiN 코팅 층 두께, 밀착력 등을 상호 비교하여 로의 온도가 SKH51종 재료 표면의 TiN 코팅에 미치는 영향에 관하여 실험적으로 평가하고자 한다.

### 2. AIP 코팅공정

AIP 코팅 공법은 아크로 이온을 증발시켜 모재에 타겟(target) 금속을 코팅하는 기술이다. 즉, N<sub>2</sub> 가스 분위기에서 증발된 Ti 입자들의 에너지 확산 운동을 이용하여 모재의 표면에 입자금속을 증착시키는 공법이다. AIP 코팅 공정에서는 높은 전류를 이용하여 Ti 입자를 부분 가열하여 증발시킨다. 증기화된 Ti 입자들이 플라즈마와 같은 코팅 보조기구로 이동하여, 이온 상태로 전이한 후에 코팅 소재에 걸리는 바이어스 전압에 의하여 표면에 증착된다. 증착이 진행되면서 모재와 코팅 층간의 밀착력이 증가하며, 모재의 표면에 코팅 층이 형성된다. Fig. 1에서는 AIP 코팅의 메커니즘을 나타내었다.

### 3. 실험장치 및 방법

본 연구에 사용된 SKH51종 재료의 화학적 조성을 Table 1에 나타내었다. 동일 조건하에서 실험을 하기 위하여 코팅 시편의 크기는 직경 20mm, 두께 10mm로 하였다. 전처리 공정에서는 열처리된 시편의 산화막을 제거하기 위하여 쇼트처리를 하였고, 코팅 면은 샌드페이퍼(sand paper)로 #400 ~ #1200까지 순차적으로 연마하였다. 그리고 최종적으로 양모 휠과 다이아몬드 페이스트로 시편의 표면청정도를 높이기 위하여 미세 버(burr)를 제거하였다. 시편을 로에 장입하기 전에 초음파 세정 시스템에서 약 15분간 세정, 행균, 증기 탈지 등을 수행하였다. AIP 코팅법에서의 이온세정과 코팅의 작업조건을 Table 2에 정리하였다. Fig. 2는 증착온

도가 450℃ 일 때 로의 온도변화를 나타내었다. 가열 후, 로의 진공도는 평균적으로  $1.9 \times 10^{-3}$  Pa이며, 400℃(a)에서 180분 가열한 후 420℃(b)에서 약 10분간 이온세정을 하였고, 450℃(c)에서 110분간 코팅을 하였다. SKH51종 재료의 TiN 코팅 특성을 평가하기 위하여 Fig. 2의 증착온도(c)를 400, 450, 500℃ 세 조건으로 설정하였다. 나머지 공정변수인 전압, 시간, 반응가스량 등은 모두 동일하게 설정하였다. 증착시간은 모두 110분으로 하였다. N<sub>2</sub> 가스를 공급함과 동시에 바이어스(Bias) 전압을 낮추어 TiN 코팅을 실시하였다. 코팅이 끝난 후에는 로의 온도가 150℃ 이하가 될 때까지 계속 진공도를 유지하며 로냉하였다.

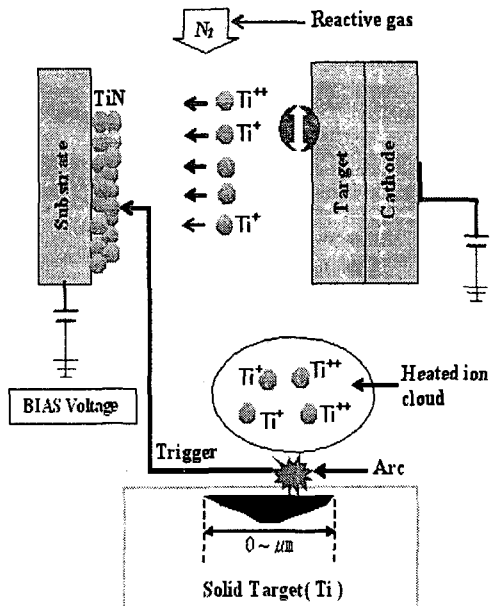


Fig. 1 Mechanism of AIP coating

Table 1 Chemical composition of the SKH51 steel

Chemical composition (%)								
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V
0.8~	0.40	0.40	0.03	0.03	3.8~	4.5~	5.5~	1.6~
0.9	less	less	less	less	4.5	5.5	6.7	2.2

Table 2 Working condition in AIP processing

Arc ion bombardment	Deposition
- Temperature : 400℃	- Temperature : 400, 450, 500℃
- Bias voltage : - 800V	- Bias voltage : - 100V
- Vacuum rate : $5 \times 10^{-2}$ Pa	- Vacuum rate : $9.9 \times 10^{-1}$ Pa
- Time : 10 min	- Time : 110 min
- Specimen : SKH51 steel	- N <sub>2</sub> gas flow rate : $0.75 \times 10^{-6}$ m <sup>3</sup> /s

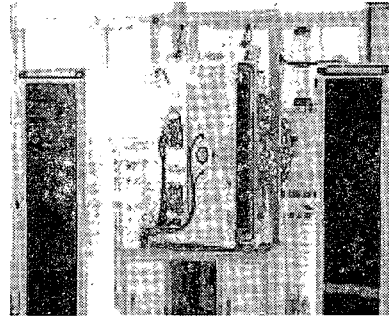


Fig. 3 An AIP-780 coating machine

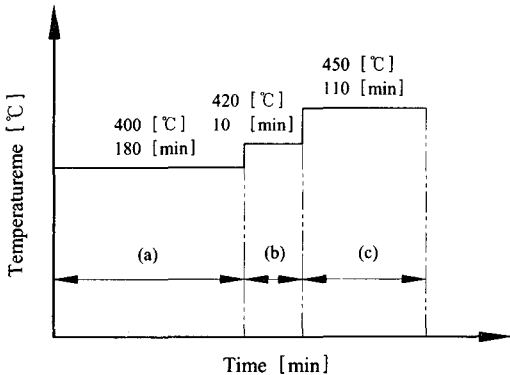


Fig. 2 Furnace temperature schedules in AIP processing

Fig. 3 은 본 실험에 사용된 (사)경상대 수송기 계부품기술혁신센터의 보유 장비인 아크타입의 AIP-780 코팅기의 사진을 나타내었다.

표면경도 측정을 위하여 로크웰경도시험기(Daekyung TECH, DTR-300, load : 150kg, load time : 10 sec)와 미소경도시험기(AKASHI, MVK-H1, load : 50g, load time : 10 sec)를 사용하였다. 표면 거칠기의 측정에는 축침식 표면조도계(Mitutoyo, SV-3000)를 사용하여 중심선 평균 거칠기( $R_a, \mu m$ )로 나타내었다. 코팅 두께 층과 밀착력 형상은 주사전자현미경(JEOL, JSM-5600LV)으로 측정하였다. 표면경도, 표면 거칠기, 코팅 두께층 등의 측정은 코팅 전과 후의 시편 5개에 대하여 실시되었다.

측정 결과의 정규성을 검증하기 위하여 일원분산분석(one-way ANOVA) 통계처리방법을 이용하였으며, 통계처리 프로그램으로 SPSS가 사용되었다.

#### 4. 실험결과 및 고찰

##### 4.1 표면경도 및 표면 거칠기의 영향

Fig. 4 는 로의 온도에 따른 로크웰 경도를 측정 한 결과를 그래프로 나타낸 것으로, 로의 온도가 증가함에 따라 로크웰 경도는 미소하게 낮아지는 경향을 알 수 있다.

측정된 SKH51종 재료의 로크웰 경도(HRC)에 대하여 일원분산 분석법에 의해 분석된 결과를 Table 3 에 정리하였다. 제시된 결과와 같이 평균과 표준편차는 400℃ 일 때  $63.12 \pm 0.38$ , 450℃ 일 때  $62.52 \pm 0.53$ , 500℃ 일 때  $62.24 \pm 0.70$  등으로 나타났다. 그리고 신뢰구간을 95%( $P < 0.05$ )로 설정할 때 P값이 0.05보다 크므로 로의 온도가 로크웰 경도에 대한 차이가 적었다.

Fig. 5 는 측정된 로크웰 경도에 대한 정규 분위도(normal quantile plot)를 그래프로 나타내었고, 정규 분포를 따르고 있음을 알 수 있다.

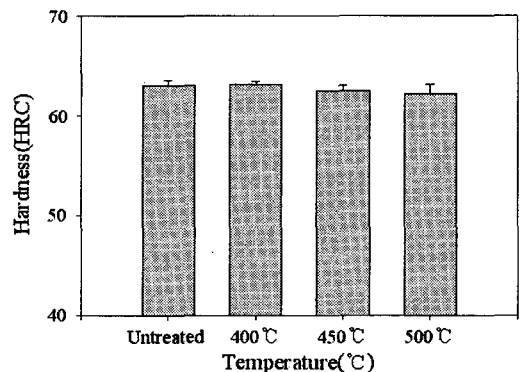


Fig. 4 Comparison of the measured Rockwell - hardnesses

Table 3 Results of one-way ANOVA of Rockwell -hardnesses

Temp. (°C)	Mean (Std. Deviation)	Sum of Squares	df	Mean Square	F	P
400 (N=5)	63.12 (0.38)	2.02	2	1.01	2.471	.126
450 (N=5)	62.52 (0.53)					
500 (N=5)	62.24 (0.89)					
Total (N=15)	62.62 (0.70)					

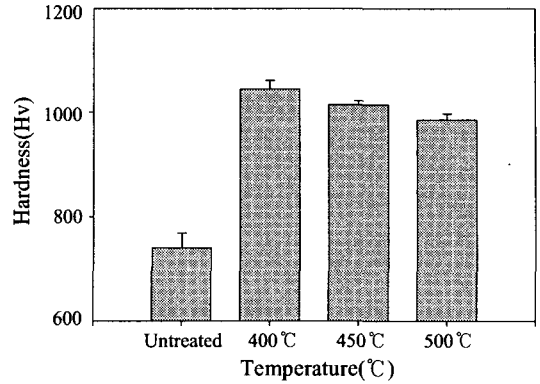


Fig. 6 Comparison of the measured Micro-hardnesses

Table 4 Results of one-way ANOVA of Micro -hardnesses

Temp. (°C)	Mean (Std. Deviation)	Sum of Squares	df	Mean Square	F	P
400 (N=5)	1044.60 (16.89)	2202.13	2	1101.0	1.924	.126
450 (N=5)	1014.60 (7.95)					
500 (N=5)	986.00 (11.40)					
Total (N=15)	1015.06 (12.08)	9069.33	14			

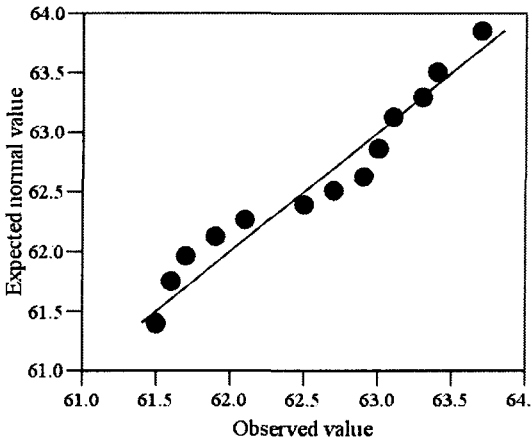


Fig. 5 Normal Q-Q plot of Rockwell-hardnesses

Fig. 6 은 로의 온도에 따른 미소경도를 측정 한 결과를 그래프로 나타낸 것으로, 로의 온도가 증가 함에 따라 미소경도는 미소하게 낮아지는 경향을 알 수 있다.

측정된 SKH51종 재료의 미소경도(Hv)에 대하여 일원분산 분석법에 의해 분석된 결과를 Table 4 에 정리하였다. 제시된 결과와 같이 평균과 표준편차는 400°C 일 때 1044.60±16.89, 450°C 일 때 1014.60±7.95, 500°C 일 때 986.00±11.40 등으로 나타났다. 그리고 신뢰구간을 95%(P<0.05)로 설정할 때 P값이 0.05보다 크므로 로의 온도가 미소경도에 대한 차이가 (F=1.924) 적었다.

Fig. 7 은 측정된 미소경도에 대한 정규 분포도를 그래프로 나타내었고, 정규 분포를 따르고 있음을 알 수 있다.

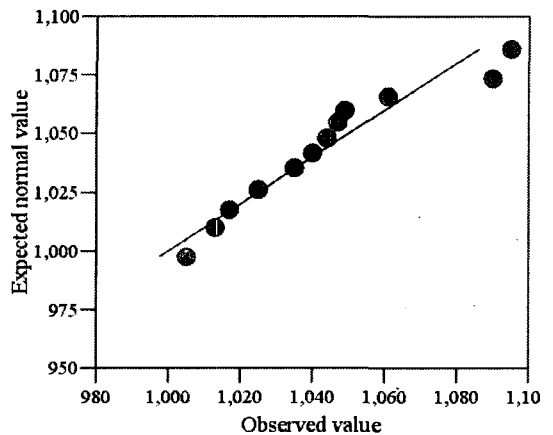


Fig. 7 Normal Q-Q plot of Micro-hardnesses

Fig. 8 은 로의 온도에 따른 표면 거칠기를 측정 한 결과를 그래프로 나타낸 것으로, 로의 온도가

높아짐에 따라 표면 거칠기는 미소하게 낮아지는 경향을 알 수 있다.

측정된 SKH51종 재료의 표면 거칠기( $R_a, \mu m$ )에 대하여 일원분산 분석법에 의해 분석된 결과를 Table 5에 정리하였다. 제시된 결과와 같이 평균과 표준편차는 400°C 일 때  $0.030 \pm 0.003$ , 450°C 일 때  $0.028 \pm 0.002$ , 500°C 일 때  $0.027 \pm 0.0008$  등으로 나타났다. 그리고 신뢰구간을 95%( $P < 0.05$ )로 설정할 때 P값이 0.05보다 크므로 로의 온도가 표면 거칠기에 대한 차이가 ( $F=2.243$ ) 적었다.

Fig. 9는 측정된 표면 거칠기에 대한 정규 분포도를 그래프로 나타내었고, 정규 분포를 따르고 있음을 알 수 있다.

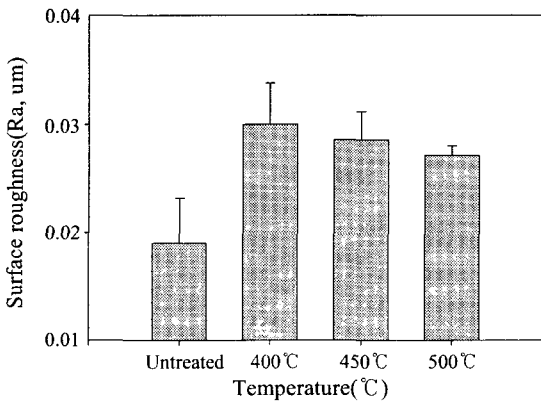


Fig. 8 Comparison of the measured surface roughnesses

Table 5 Results of one-way ANOVA of Surface roughness

Temp. (°C)	Mean (Std. Deviation)	Sum of Squares	df	Mean Square	F	P
400 (N=5)	.030 (.0030)	6.929	14	.000	2.243	.149
450 (N=5)	.028 (.0020)					
500 (N=5)	.027 (.0008)					
Total (N=15)	.028 (.001)					

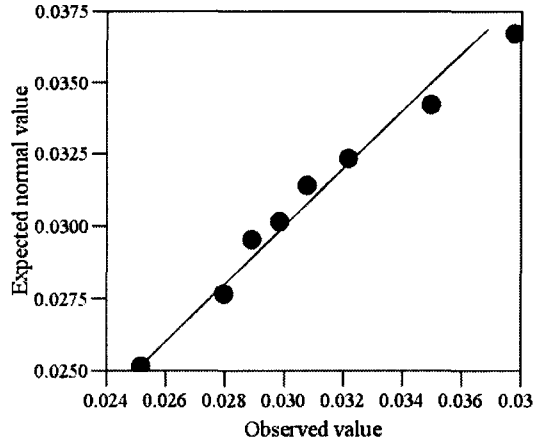
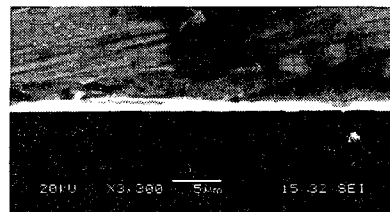


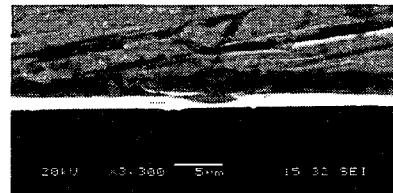
Fig. 9 Normal Q-Q plot of Surface-roughness

#### 4.2 TiN 코팅 두께의 영향

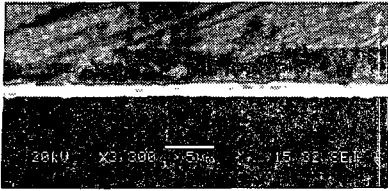
Fig. 10은 TiN 코팅 층을 사진으로 나타낸 것이며, 그림에 흰 부분이 코팅 층이다. 로의 온도가 400°C 일 때  $2.45 \mu m$ , 450°C 일 때  $2.35 \mu m$ , 500°C 일 때  $2.50 \mu m$ 으로 TiN 코팅 층이 측정되었다. AIP 공정에서 요구되는 코팅 층의 두께인  $1 \sim 4 \mu m$ 을 만족하는 결과임을 알 수 있었다. 따라서 시험한 온도 범위 내에서 온도가 TiN 코팅 층의 두께에 미치는 영향은 적음을 알 수 있었다.



(a) 400°C

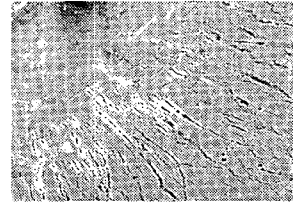


(b) 450°C



(c) 500°C

Fig. 10 Cross-sectional view of TiN layer by SEM (×3,300)



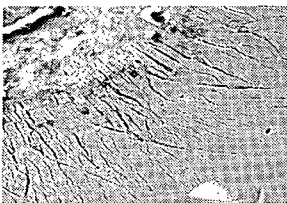
(c) 500°C

Fig. 11 Cracks caused by diamond corn indentation on coated surface (×200)

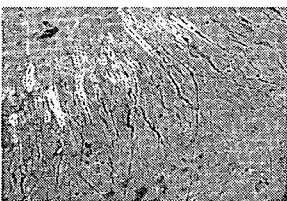
### 4.3 밀착력 형상의 영향

밀착력을 평가하는 기존의 방법은 테이프시험 (tape test), 당겨떼내기(pull-off test), 벗겨떼내기 (peel-off test), 압입자 이동 시험법(scratch test)<sup>10</sup> 등이 있다. 본 논문에서는 위의 시험법과 비교하여 소요시간 단축, 분석법이 쉬운 압흔에 의하여 발생된 크랙의 파형분석법을 제시하였다. 이를 통하여 코팅 층의 밀착력을 평가하였다.<sup>11</sup> 밀착력의 판정 기준은 1등급에서 6등급까지로 규정되어 있고, 1등급의 경우 압흔의 중심으로부터 사선형태의 크랙이 생성되었을 때 TiN 코팅의 밀착력을 1등급으로 판정한다.

Fig. 11은 TiN 코팅 층에 다이아몬드 압입자로 하중 150kg을 10초 동안 가하여 나타난 압흔 형상을 나타낸 것이다. 밀착력 형상은 압흔의 중심에서 사선형태로 1등급의 크랙 파형이 생성되었고, 시험한 온도 범위 내에서는 400°C에서 우수한 결과를 얻을 수 있었다.



(a) 400°C



(b) 450°C

### 5. 결론

본 논문에서는 AIP 코팅법에서 로의 온도가 고속도강의 TiN 코팅에 미치는 영향에 관하여 실험적 및 통계학적 고찰을 통하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

시험한 온도 범위에서 TiN 코팅된 SKH51종의 로크웰경도, 미소경도, 표면 거칠기 등은 온도가 증가함에 따라 미소하게 낮아지는 경향을 보였다. 그리고 밀착력 평가에서는 400°C에서 크랙 파형이 가장 우수한 결과를 보였다. TiN 코팅 층의 두께는 시험한 온도 범위에서 안정되게 형성됨을 알 수 있었다.

본 실험을 통해 SKH51종의 AIP 코팅법에서 온도가 TiN 코팅 층 형성에 미치는 영향은 적었다. 그러나, AIP 코팅법에서 온도가 큰 변수이기 때문에 결과들을 정량적으로 분석함으로써 실제 산업체에서는 아주 유용한 기술이라고 사료된다.

### 후 기

본 연구는 산업자원부 지방기술혁신사업 (RT104-01-03) 지원으로 수행되었습니다.

### 참고문헌

1. Lee, K.H., Won, C.W and Chun, B.S., "Preparation of Ultra-Fine Mo Powder by CVD Method," J. of the Korean Inst. of Metals, Vol. 29, No. 1, pp.3-8, 1991.
2. Lux, B., Haubner, R and Wohlrab, C., "Chemically vapour-deposited hard coatings : Applications and selection guidelines," Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 38, pp. 267-280, 1989.

3. Morosanu, C.E., "Thin Films by Chemical Vapor Deposition," Elsevier, Amsterdam, 1990.
4. Mattox, D.M., "Physical Vapor Deposition (PVD) Processes," Metal Finishing, Vol. 98, pp. 410-423. 2000.
5. Cunha, L., Andritschky, M., Pischow, K. and Wang, Z., "Microstructure of CrN coatings produced by PVD techniques," Thin Solid Films, Vol. 355-356, pp. 465-471. 1999.
6. Munz, W.D., Hauzer, F. J. M., Schulze, D. and Buil, B., "A new concept for physical vapor deposition coating combining the methods of arc evaporation and unbalanced-magnetron sputtering," Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol. 49, pp. 161-167. 1991.
7. Benmalek, M., Gimenez, P.J., Peyre P. and Tournier, C., "Characterization and comparison of TiN layers deposited by different physical vapour deposition processes," Int. J. Surface and Coatings Tech., Vol.48, pp. 181-187. 1991.
8. Zou, Y.S., Wang, Q.M., Du, H., Song, G.H., Xiao, J.Q., Gong, J.C. and Wen, L.S., "Structural characterization of nitrogen doped diamond-like carbon films deposited by arc ion plating," Int. J. Applied Surface Science, Vol. 241, pp. 295-302, 2005.
9. Kim, J. S., "Tendency of PVD coating technology on Metal cutting tools," Journal of the Korean Society of Precision Engineering., Vol. 18, No. 8, pp. 11-17, 2001.
10. Ouyang, J.H., Sasaki, S., "The friction and wear characteristics of cathodic arc ion-plated (V, Ti)N coatings in sliding against alumina ball," Int. J. Wear, Vol. 257, pp. 708-720. 2004.
11. Gu, C.W., Kim, H.S. and Lee, S.R., "Effect of Ti Interlayer on the Adhesion of TiN Thin Films Grown by PECVD," J. of the Korean Inst. of Metals, Vol. 30, No. 12, pp. 1438-1447. 1992.